

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

DIALOG(R)File 350:Derwent WPIX

(c) 2002 Thomson Derwent. All rts. reserv.

011476223

WPI Acc No: 1997-454130/199742

Airbag film-forming emulsion type silicone composition - comprises polyorganohydrogen siloxane, having improved working property at time of coating work

Patent Assignee: TOSHIBA SILICONE KK (TSIL)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 9208899	A	19970812	JP 9616536	A	19960201	199742 B
JP 3121755	B2	20010109	JP 9616536	A	19960201	200104

Priority Applications (No Type Date): JP 9616536 A 19960201

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 9208899	A	11	C09D-183/05		
JP 3121755	B2	11	C09D-183/05		Previous Publ. patent JP 9208899

Abstract (Basic): JP 9208899 A

An air bag film-forming emulsion type silicone composition comprises: (A) 100 wt. pts. polyorganohydrogen siloxane of average composition formula (I), $\text{ROaHbSiO}(4-a-b)/2$ (I), $\text{RO} = 1-8\text{C}$ (un)substituted monovalent organic group; $a = 1.01-2.01$; $b = 0.01-1.01$; $a + b = 1.80-2.20$, whose molecular ends are blocked with hydroxyl groups; (B) 1-20 wt. pts. emulsifying agent; (C) 50-1000 wt. pts. water; and (D) 0.1-5 wt. pts. curing catalyst. Also claimed are: (1) an air bag film-forming emulsion type silicone composition comprising (A) 100 wt. pts. polyorganohydrogen siloxane of the average composition formula (II), $\text{R1aR2bHcSiO}(4-a-b-c)/2$ (II), $\text{R1} = 1-18\text{C}$ monovalent (un)substituted hydrocarbon group containing no ethylenic unsaturated group; $\text{R2} = 1-8\text{C}$ monovalent hydrocarbon group containing ethylenic unsaturated group; $a = 1.01-2.01$; $b = 0.005-0.50$; $c = 0.005-0.50$; $b/c =$

1/5-10/1; and $a + b + c = 1.80-2.20$; (B) 1-20 wt. pts. emulsifying agent; (C) 50-1000 wt. pts. water; and (D) 1×10^{-6} to 1 wt. pt. curing catalyst (as composing metal); and (2) an air bag formed by sewing air bag base cloth formed of the cured coat of the emulsion type silicone composition above.

ADVANTAGE - When various airbag base cloth is treated with the silicone composition, the viscosity of the coating liquid is lowered in comparison with the conventional silicone rubber coating composition and the working property is improved at the time of coating work. Moreover, since water slowly evaporates, even in the complicate shape, the rubber coat is formed along its surface shape, and blocking does not arise when the rubber surface comes in touch with the rubber surface. What is better, using the composition gives the cured coat superior in mechanical strength to the conventional film-forming emulsion. Since harmful organic solvent is not used, the airbag film-forming silicone composition is excellent in safety at the time of work, and it does not damage the worker health and the composition can be adjusted to the viscosity suitable for coating work.

Dwg. 0/0

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-208899

(43) 公開日 平成9年(1997) 8月12日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 D 183/05	PMT		C 0 9 D 183/05	PMT
B 6 0 R 21/16			B 6 0 R 21/16	
C 0 9 D 1/00	P C N		C 0 9 D 1/00	P C N
183/06			183/06	

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願平8-16536

(22) 出願日 平成8年(1996) 2月1日

(71) 出願人 000221111

東芝シリコン株式会社
東京都港区六本木6丁目2番31号

(72) 発明者 高梨 正則
東京都港区六本木6丁目2番31号 東芝シリコン株式会社内

(72) 発明者 高橋 敏広
東京都港区六本木6丁目2番31号 東芝シリコン株式会社内

(72) 発明者 松本 誠
東京都港区六本木6丁目2番31号 東芝シリコン株式会社内

(74) 代理人 弁理士 古谷 馨 (外3名)

(54) 【発明の名称】 エアバッグ用皮膜形成エマルジョン型シリコン組成物及びエアバッグ

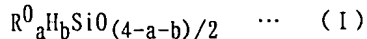
(57) 【要約】

【課題】 エアバッグ用基布に対し、優れた接着性、気密性等を有し、水の除去により機械的強度に優れたエラストマー状物質を形成し得るエマルジョン型シリコン組成物を提供する。

【解決手段】 (A) 分子末端が水酸基で封鎖された特定のポリオルガノハイドロジェンシロキサンあるいはエチレン性不飽和基を含む特定のポリオルガノハイドロジェンシロキサン、(B) 乳化剤、(C) 水および(D) 硬化触媒の夫々特定量からなるエアバッグ用皮膜形成エマルジョン型シリコン組成物。

【特許請求の範囲】

【請求項1】(A) 平均組成式



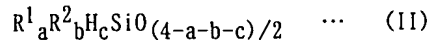
(式中、 R^0 は炭素数1～8の置換または非置換の1価の有機基、 a は1.01～2.01、 b は0.01～1.01、 $a+b=1.80\sim 2.20$ の数を示す。)で表される分子末端が水酸基で封鎖されたポリオルガノハイドロジェンシロキサン 100重量部、

(B) 乳化剤 1～20重量部、

(C) 水 50～1000重量部、および

(D) 硬化触媒 0.1～5重量部とからなることを特徴とするエアバッグ用皮膜形成エマルジョン型シリコーン組成物。

【請求項2】(A) 平均組成式



(式中、 R^1 はエチレン性不飽和基を含まない置換または非置換の炭素原子数1～18の1価の炭化水素基、 R^2 はエチレン性不飽和基を含む炭素原子数1～8の1価の炭化水素基、 a は1.02～2.01、 b は0.005～0.50、 c は0.005～0.50、 $b/c=1/5\sim 10/1$ 、 $a+b+c=1.80\sim 2.20$ の数を示す。)で表されるポリオルガノハイドロジェンシロキサン 100重量部、

(B) 乳化剤 1～20重量部、

(C) 水 50～1000重量部、および

(D) 硬化触媒(構成金属として) $1\times 10^{-6}\sim 1$ 重量部とからなることを特徴とするエアバッグ用皮膜形成エマルジョン型シリコーン組成物。

【請求項3】請求項1又は2記載のエマルジョン型シリコーン組成物の硬化被膜を形成したエアバッグ基布を縫製してなるエアバッグ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の技術分野】本発明は、有害な有機溶剤を使わずに、環境及び人体に安全に各種コーティング方法に対応した粘度調整が可能で、塗工性に優れ、エアバッグ用基布に対する接着性及び気密性に良好で、表面のタック感を軽減したゴム硬化被膜を形成することのできるエアバッグ用皮膜形成エマルジョン型シリコーン組成物及び該皮膜形成エマルジョン型シリコーン組成物の硬化被膜を形成したエアバッグ基布を縫製してなるエアバッグに関する。

【0002】

【発明の技術的背景とその問題点】近年、自動車の座席前方に備えられる安全装置として、いわゆるエアバッグ装置が広く用いられるようになった。このエアバッグ装置は、袋状のエアバッグと、自動車に与えられた衝撃を感知するセンサと、このセンサによってエアバッグ内に瞬時にガスを送り込んでエアバッグを膨張させるインフレーターとを備えて構成されている。上記エアバッグは、通常時はハンドル等の内部に折り畳まれて収納されてい

るが、自動車が衝突事故等によって強い衝撃を受けると、ダッシュボードフロアやフロントフロアのセンターに配置されているセンサがその衝撃を感知し、上記インフレーターにおいてアジ化ナトリウムなどを主成分とするガス発生剤を反応させて窒素ガスを発生させるとともに、この窒素ガスを上記エアバッグ内に送り込んでエアバッグを瞬時に膨張させるようになっている。すなわち、エアバッグ装置は、自動車事故発生の際の衝撃を感知してエアバッグを瞬時に膨張させ、この膨張させたエアバッグにより、自動車事故発生時における乗員への衝撃を効果的に緩和して乗員の身体を保護するという重大な役割を有しているものである。一般に、このようなエアバッグ装置のエアバッグは、ナイロン樹脂等の合成樹脂からなる織布の一方の面側(エアバッグの内面側となる方)にクロロブレンゴム(特開昭49-55028号公報)やシリコーンゴム被膜(特開平2-270654号公報)が形成された布材を所定の形状に裁断し、得られた複数枚の基布を袋状に縫製したものである。また、上記袋体の内面に形成されている被膜は、織布に気密性を付与するとともに、エアバッグが展開する瞬間、エアバッグ内に一気に圧入される高温のガスにナイロン織布が直接曝露されるのを防いでナイロン樹脂が溶融劣化するのを防止し、延いては高温ガスから乗員を保護する機能を有するものである。従って、この被膜には、ある程度の耐熱性が要求される。一方、エアバッグは、通常時は、折り畳まれてハンドル内等に収納しておく必要があり、またその収納部分の省スペース化が望まれていることから、なるべくコンパクトに折り畳むことが可能なものであることが望ましい。従って、上記被膜としては、当初はクロロブレンゴムが主体に用いられていた。しかしながら、クロロブレンゴムでは、耐熱性及び耐久性が不十分であり、エアバッグの寿命が短くなってしまう欠点があった。また車輛等の衝突の際に発生する火災や爆風の影響を避けるために、エアバッグには、難燃性を付与する必要があった。クロロブレンゴムでは、難燃性が不十分であり、爆風の当たる面にシリコーン製の難燃剤がさらに塗布されていた。

【0003】これに対して、シリコーンゴムをコーティングしたエアバッグでは、シリコーンに対して公知の難燃剤を付与することでコーティング皮膜自体に難燃性をもたせることが可能となり、難燃剤をコートする必要性がなくなった。このためにクロロブレンゴムに比べ耐熱性及び耐候性に優れるシリコーンゴムコーティング剤が注目を集めるようになった。シリコーンゴムをコーティングしたエアバッグは、通常はハンドル等に格納され、衝突した時、爆風によって膨らむ。この際に、コーティング皮膜も基布の伸びに追従して瞬間的に伸びるため、シリコーンゴムコーティング皮膜にも機械的強度及び伸びが要求される。このためには重合度の大きく粘度の高いベースポリマーが利用され、さらに補強剤、難燃剤、

接着助剤等が配合される。しかしながら、これらのシリコン配合物は、一般的に粘度が高く、ナイフコーティング等で要求量 $30\sim 100\text{ g/m}^2$ に塗布することは困難であり、このためトルエンやキシレン等の有機溶剤で希釈しナイフコーティング等でコーティングし易い粘度に調整し、塗布後にドライヤーで溶剤を蒸発させながら硬化させるといった工程をとっている。そのため、エアバッグ用のゴムの場合、一般にゴムコートに使用されるナイフ、ロール、グラビア等のコーティングを用いて、通常必要とされる塗布量の $30\sim 100\text{ g/m}^2$ に塗布することは困難で、これらのゴムを有機溶剤で希釈し適当な粘度へ調整し使用することが一般に行われている。しかし、これらの有機溶剤は、静電気による着火のおそれがあるばかりでなく、吸引、皮膚接触により作業者が健康を害したり、溶剤を揮発させた後の回収に大きなコストが掛かる。また、回収しないと大気汚染につながる等の問題があり、近年はあらゆる分野において有機溶剤の規制が行われつつある。

【0004】また、有機溶剤を用いなくてコーティング組成物をナイフコーティング等でコーティングし易い粘度にするには、コーティング組成物のベースポリマーの重合度を下げ、低粘度化する方法があるが、この組成物では、基布に形成した硬化皮膜の機械的強度が十分でなく、エアバッグ開裂時の高温の爆風によってコーティング面にヒビが入り、エアがもれ、バッグが十分に膨らまないおそれがある。更に、従来のゴムコーティング組成物では、硬化皮膜表面の粘着性が大きく、コーティング面同士のブロッキングしやすいという問題点もある。

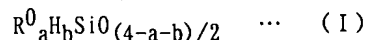
【0005】一方で、皮膜形成タイプのエマルジョン型シリコン組成物については、これまで、水分を除去した後に、エラストマー状物質を形成するいろいろのシリコン水性エマルジョン組成物が提案されている。たとえば、特公昭38-860号公報には、分子鎖両末端が水酸基で封鎖されたポリジオルガノシロキサン、ポリオルガノハイドロジェンシロキサン、ポリアルキルシリケートおよび脂肪酸のスズ塩から構成されたものが、特公昭57-57063号公報には、分子鎖両末端が水酸基で封鎖されたポリジオルガノシロキサン、3官能以上のシランおよび脂肪酸のスズ塩から構成されたものが、特公昭58-17226号公報には、分子鎖両末端がビニル基で封鎖されたポリジオルガノシロキサン、ポリオルガノハイドロジェンシロキサンおよび白金化合物から構成されたものが、また、特開昭54-131661号公報には、環状オルガノシロキサンと官能基結合オルガノアルコキシシランとを乳化重合したものなどが提案されている。しかし、これらのエマルジョン組成物から形成されるエラストマー状物質は、耐熱性、撥水性、耐候性、透明性などに優れているが、機械的強度に劣っており、たとえばコーティング剤としての使用には不相当であった。

【0006】

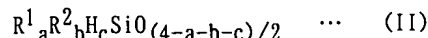
【発明の目的】そこで、本発明は、エアバッグ基布に対し優れた接着性、気密性等を有し、尚かつ同一分子内に架橋部位（ケイ素原子結合ヒドロキシル基とケイ素原子結合水素原子含有ポリオルガノハイドロジェンシロキサン、またはケイ素原子結合アルケニル基とケイ素原子結合水素原子含有ポリオルガノハイドロジェンシロキサンであり、複数種のシロキサンのブレンドではない）を持つポリシロキサンを主要構成成分とし、水の除去により機械的特性に優れたエラストマー状物質を形成し得るエマルジョン型シリコン組成物を用いることで、有害な有機溶剤を使用しないエアバッグ用皮膜形成エマルジョン型シリコン組成物及びその硬化皮膜を形成したエアバッグを提供することを目的とする。

【0007】

【発明の構成】本発明者らは、上記目的を達成するべく鋭意検討した結果、上記ポリシロキサンを主要構成成分とした皮膜形成エマルジョンを用いることにより、種々のエアバッグ基布に対して、優れた接着性、気密性及び機械的特性を示し、また有害な有機溶剤を使用せずにナイフ、ロールグラビアコーティング等に適した粘度に調整でき、尚且つ基布の凹凸に沿った表面状態を形成させる事により、ゴム表面のタック感を減らし、エアバッグとして縫製する際に作業性を向上させ、又は、ゴム面同士が接触した際にブロッキングを起こさない等の各種利点があることを見出し、本発明を完成するに至った。すなわち、本発明は、(A) 平均組成式



(式中、 R^0 は炭素数1～8の置換または非置換の1価の有機基、 a は1.01～2.01、 b は0.01～1.01、 $a+b=1.80\sim 2.20$ の数を示す。)で表される分子末端が水酸基で封鎖されたポリオルガノハイドロジェンシロキサン 100重量部、(B) 乳化剤 1～20重量部、(C) 水 50～1000重量部、および(D) 硬化触媒 0.1～5重量部とからなることを特徴とするエアバッグ用皮膜形成エマルジョン型シリコン組成物、並びに(A) 平均組成式



(式中、 R^1 はエチレン性不飽和基を含まない置換または非置換の炭素原子数1～18の1価の炭化水素基、 R^2 はエチレン性不飽和基を含む炭素原子数1～8の1価の炭化水素基、 a は1.02～2.01、 b は0.005～0.50、 c は0.005～0.50、 $b/c=1/5\sim 10/1$ 、 $a+b+c=1.80\sim 2.20$ の数を示す。)で表されるポリオルガノハイドロジェンシロキサン 100重量部、(B) 乳化剤 1～20重量部、(C) 水 50～1000重量部、および(D) 硬化触媒（構成金属として） $1\times 10^{-6}\sim 1$ 重量部とからなることを特徴とするエアバッグ用皮膜形成エマルジョン型シリコン組成物、更に上記エマルジョン型シリコン組成物の硬化被膜を形成したエアバッグ基布を縫製してなるエアバッグである。

【0008】本発明に係わるエマルジョン型シリコン

組成物は、次のようにして製造し得る。即ち、(A) 前記平均組成式 (I) または (II) で表されるポリオルガノハイドロジェンシロキサン100重量部、(B) 乳化剤1~20重量部、(C) 水50~1000重量部を夫々秤取し、たとえば高速回転するホモジナイザーにかけ、先ずエマルジョンを調製し、このエマルジョン中のポリオルガノハイドロジェンシロキサン100重量部当り、(D) 硬化触媒を0.1~5重量部（ポリオルガノハイドロジェンシロキサンとして (I) を用いる場合）あるいは（構成金属として） 1×10^{-6} ~1重量部（ポリオルガノハイドロジェンシロキサンとして (II) を用いる場合）添加配合することによって製造できる。本発明に係るシリコン水性エマルジョン組成物は、単一な分子（複数種のシロキサンのブレンドでない）から構成されているため、均質な組成および特性を有している。したがって、エアバッグ基布に対して均一に塗布することができるため、所要の特性付与を十分に、かつ効果的に発揮することが可能となり、最終的に得られた機械的強度に優れたエラストマー硬化物が得られる。

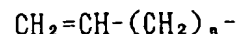
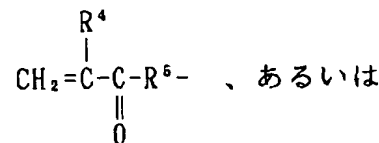
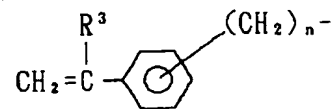
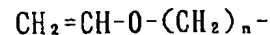
【0009】

【発明の実施の形態】まず、本発明に係るシリコン水性エマルジョン組成物を成す成分について説明する。本発明の(A) 成分であるポリオルガノハイドロジェンシロキサンにおいて、平均組成式 (I) で表される分子末端が水酸基で封鎖されたポリオルガノハイドロジェンシロキサンの場合、ケイ素原子上に結合する有機基 R^0 は炭素数1~8の置換または非置換の1価の有機基であって、 R^0 はエチレン性不飽和基を含んでも含まなくてもよい。一方、平均組成式 (II) で表されるポリオルガノハイドロジェンシロキサンの場合、ケイ素原子上に結合する有機基の一方である R^1 はエチレン性不飽和基を含まない置換または非置換の炭素原子数1~18の1価の炭化水素基であり、他方の有機基である R^2 はエチレン性不飽和基を含む炭素原子数1~8の1価の炭化水素基であることが必要である。ここで、エチレン性不飽和基を含まない置換もしくは非置換の炭素原子数1~18の1価の炭化水素基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ヘキシル基、オクチル基、デシル基、ヘキサデシル基、オクタデシル基などの直鎖もしくは分岐状アルキル基、フェニル基、ナフチル基、キセニル基などのアリール基、ベンジル基、 β -フェニルエチル基、メチルベンジル基、ナフチルメチル基などのアラールキル基およびシクロヘキシル基、シクロペンチル基などのシクロアルキル基などが例示される。また、置換有機基としては、前記非置換の有機基の水素原子をフッ素や塩素のようなハロゲン原子で置換したものであり、たとえば3,3-トリフルオロプロピル基、3-クロロプロピル基などが例示される。次に、エチレン性不飽和基を含む炭素原子数1~8の1価の炭化水素基としては、ビニル基、アリル基、ホモアリル基、5-ヘキセニル基、7-オクテニル基などが例

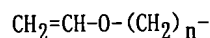
示され、好ましくはビニル基、アリル基である。その他、このエチレン性不飽和基としては、一般式、

【0010】

【化1】



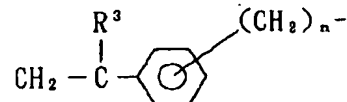
【0011】で示されるものが挙げられる。ただし上記式中 n は0~10の整数である。



で示されるものとしては、ビニロキシプロピル基、ビニロキシエチル基などであり、ビニロキシプロピル基が好ましい。

【0012】

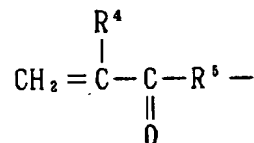
【化2】



【0013】で示されるものの場合、 R^3 は水素原子もしくは炭素数1~6（好ましくは1~2）のアルキル基であり、ビニルフェニル基、イソプロペニルフェニル基、1-(ビニルフェニル)エチル基、2-(ビニルフェニル)エチル基、(ビニルフェニル)メチル基、2-(ビニルフェノキシ)エチル基、3-(ビニルベンゾイルオキシ)プロピル基、3-(イソプロペニルベンゾイルアミノ)プロピル基などが例示される。

【0014】

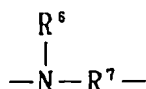
【化3】



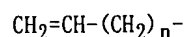
【0015】で示されるものの場合、 R^4 は水素原子もしくはメチル基であり、 R^5 は炭素原子数1~6のアルキレン基、-O-や-S-を含むアルキレン基もしくは2価の基、または

【0016】

【化4】



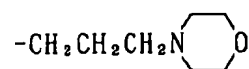
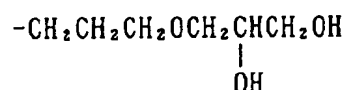
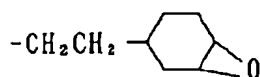
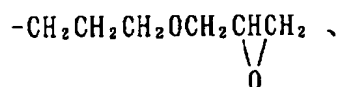
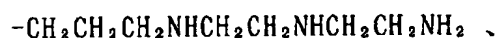
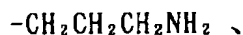
【0017】で示される基で、 R^6 は炭素原子数1～6の1価の炭化水素基あるいは(メタ)アクリロイル基、 R^7 は炭素原子数1～6のアルキレン基である。ここでエチレン性不飽和基を含む基としては、 γ -アクリロキシプロピル基、 γ -メタクリロキシプロピル基、 N -メタクリロイル- N -メチル- γ -アミノプロピル基、 N -アクリロイル- N -メチル- γ -アミノプロピル基、 N,N -ビス-(メタクリロイル)- γ -アミノプロピル基、 n , n -ビス-(アクリロイル)- γ -アミノプロピル基などが例示される。



で示されるものは、 n が0～10の整数で、上記したビニル基、アリール基などである。さらに、前記(A)成分における別の1価の置換炭化水素基として、炭素原子と酸素原子と、さらに窒素および酸素のうち少なくとも1種の原子とによって構成される炭素官能性基が挙げられ、そのような炭素官能性基を含む(A)成分を用いたエマルジョン組成物は、エアバッグの基材に、塗布したときに接着性(密着ないし固着)にすぐれ有利である。そのような炭素官能性基としては、

【0018】

【化5】



【0019】などが挙げられる。このような(A)成分を成すポリオルガノハイドロジェンシロキサンにおいては、Si-H基の含有量が全有機基中0.02～10モル%、好ましくは0.05～5モル%であるように、エチレン性不飽和基が全有機基中0.02～10モル%、好ましくは0.05～5モル%であるように選択される(平均組成式(I)で表さ

れるポリオルガノハイドロジェンシロキサンにおいてエチレン性不飽和基を含有する場合も含む)。その理由は、0.02%未満では、機械的強度が低下し、硬化不良となるおそれがあり、10%を超えると硬化皮膜が硬くなり、ゴム弾性が悪化するおそれがあるからである。(A)成分であるポリオルガノハイドロジェンシロキサンの分子構造は、実質的に直鎖状であることが好ましく、この意味は直鎖状もしくはやや分岐した直鎖状を総称する。また、ケイ素原子結合水素基およびエチレン性不飽和基を含む基は、分子鎖末端および分子鎖中の何れの位置であってよく、分子鎖末端が水素基およびエチレン性不飽和基でない場合は、水酸基、アルコキシ基、トリメチルシリル基、ジメチルフェニルシリル基、3,3,3-トリフルオロプロピルジメチルシリル基などで封鎖されたものが好ましい。さらに(A)成分の分子量は特に限定されないが、物性の優れた硬化皮膜を得るには、分子量3000程度以上が望ましい。なお、このポリオルガノハイドロジェンシロキサンは、たとえば環状のポリオルガノシロキサン類を開環重合させるか、あるいは加水分解性基含有シラン化合物の加水分解・縮重合などによって製造し得る。

【0020】(B)成分の乳化剤は、(A)成分のポリオルガノハイドロジェンシロキサンを水中において安定に存在させる役割および/またはこのシリコン水性エマルジョンを形成させる際の環状ポリオルガノシロキサン類の乳化重縮合触媒としての役割をなすものであり、(A)成分中のSi-H結合が、重縮合時に分解などを受けにくいことから、重縮合触媒作用を有するカチオン系乳化剤、アニオン系乳化剤のうち、本発明においてはアニオン系乳化剤の使用が好ましい。このようなアニオン系乳化剤としては、脂肪族置換基が炭素原子6～18の長さの炭素連鎖を有する脂肪族置換ベンゼンスルホン酸、脂肪族置換ナフタレンスルホン酸、脂肪族スルホン酸、シリルアルキルスルホン酸、脂肪族置換ジフェニルエーテルスルホン酸などの有機スルホン酸系乳化剤が挙げられ、中でも脂肪族置換ベンゼンスルホン酸がより好ましい。ただし、シリコン水性エマルジョン調製時には、これらスルホン酸の状態で使用したが、後にアルカリで中和するので、本発明の組成物ではスルホン酸塩の形で存在する。(B)成分の乳化剤の配合割合は、(A)成分のポリオルガノハイドロジェンシロキサン100重量部に対して通常1～20重量部である。配合量が1重量部未満では安定なミセル形成が困難であり、20重量部を超えるとエマルジョン粘度が上昇し、いずれも不安定なエマルジョンとなる。また必要に応じて、(B)成分としてノニオン系乳化剤を併用してもよい。このノニオン系乳化剤としては、たとえばグリセリン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン(以下POEと略す)アルキルエーテル、POEソルビタン脂肪酸エステル、POEグリセリン脂肪酸エステル、POEアルキル

フェノールエーテル、POEポリオキシプロピレンブロック共重合体などが挙げられる。

【0021】また、(C)成分の水の配合量は(A)成分100重量部に対して、通常50~1000重量部の範囲である。(D)成分が50重量部未満または1000重量部を超えると乳化状態が悪く、エマルジョンが不安定になる。

【0022】(D)成分の硬化触媒は、ケイ素原子結合水素原子とケイ素原子結合ヒドロキシル基との脱水素縮合反応(ポリオルガノハイドロジェンシロキサンとして

(I)を用いる場合)あるいはケイ素原子結合水素原子とエチレン性不飽和基との付加反応(ポリオルガノハイドロジェンシロキサンとして(II)を用いる場合)をさせるためのものである。前者の脱水素縮合反応においては、アルキルスズ有機酸塩、亜鉛有機酸塩などの金属有機酸塩、テトラブトキシチタンなどの有機金属アルコール、n-ブチルアミン、イミダゾールなどのアミン類などの触媒が例示される。本発明においては、アルキルスズ有機酸塩が好ましく、特にジブチルスズジラウレート、ジオクチルスズジラウレートなどのジアルキルスズジカルボキシレートが適する。又、後者の付加反応においては、コバルト、ロジウム、ニッケル、パラジウムおよび白金系化合物などの触媒が挙げられ特に限定はないが、白金系化合物が好ましい。このような白金系化合物としては、塩化白金酸、これをアルコールやケトン類に溶解させたものおよびその溶液を熟成させたもの、塩化白金酸とオレフィン類との錯化合物、塩化白金酸とアルケニルシロキサンとの錯化合物、塩化白金酸とジケトンとの錯化合物、白金黒および白金を担持させたものが挙げられる。(D)成分の硬化触媒の配合量は、前者の脱水素縮合反応の場合、(A)成分のポリオルガノハイドロジェンシロキサン100重量部に対し、通常0.1~5重量部である。0.1重量部未満では、硬化速度が遅くかつ硬化物の強度が低い。一方、5重量部を超えると組成物が短時間に粘度上昇やゲル化を起し易く、エアバッグ基布への塗工作業性が悪化するからである。又、後者の付加反応の場合、(A)成分のポリオルガノハイドロジェンシロキサン100重量部に対し、硬化触媒を構成する金属として 1×10^{-6} ~1重量部である。配合量が 1×10^{-6} 重量部未満では架橋反応が十分進行せず、一方、1重量部を超えてもそれ以上の効果が望めず不経済である。

【0023】次に、本発明に係るシリコン水性エマルジョンの製造方法について説明する。本発明に係るシリコン水性エマルジョン組成物は、前記平均組成式で示されるポリオルガノハイドロジェンシロキサンを、水性媒体中、有効量の乳化剤でエマルジョン化するか、または乳化剤混合物の存在下に環状ポリオルガノシロキサン類を乳化重縮合させることによってシリコンエマルジョンを調製し、次いで(D)成分の硬化触媒を添加することを骨子としている。本発明に使用されるエチレン性不飽和基を含有するポリオルガノハイドロジェンシロキサ

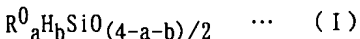
ン(II)((I)においてエチレン性不飽和基を含有する場合を含む)は、対応する構造単位を有する直鎖状、分岐状または環状などのシリコン化合物を所定の組成比に選択し、これらを乳化重縮合させるか、あるいは加水分解性基含有シラン化合物類を所定の組成比に選択し、これらを共加水分解・共縮重合させることによって製造し得る。

【0024】前記ポリオルガノハイドロジェンシロキサンの製造に用いられる(1)ポリオルガノシロキサン成分としては、たとえば、ヘキサメチルシクロトリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、テトラメチルテトラフェニルシクロテトラシロキサン、テトラベンジルテトラメチルシクロテトラシロキサン、トリス(3,3,3-トリフルオロプロピル)トリメチルシクロトリシロキサンなどの環状化合物が例示される。同じくポリオルガノハイドロジェンシロキサン(II)((I)においてエチレン性不飽和基を含有する場合を含む)の製造に用いられる(2)エチレン性不飽和基含有オルガノシロキサンとしては、たとえば1,3,5,7-テトラビニルテトラメチルシクロテトラシロキサン、1,3,5-トリビニルトリメチルシクロトリシロキサン、1-ビニルヘプタメチルシクロテトラシロキサン、1,3,5,7-テトラアリルテトラメチルシクロテトラシロキサン、1,3,5,7-テトラ(5-ヘキセニル)テトラメチルシクロテトラシロニル)テトラメチルシクロテトラシロキサンなどのエチレン性不飽和基を含有する環状化合物が例示される。さらにポリオルガノハイドロジェンシロキサンの製造に用いられる(3)オルガノハイドロジェンシロキサンとしては、1,3,5-トリメチルシクロトリシロキサン、1,3,5,7-テトラメチルシクロテトラシロキサン、1,3-もしくは1,5-ジハイドロジェンヘキサメチルシクロテトラシロキサン、1,3,5,7-テトラフェニルシクロテトラシロキサン、1,3,5,7-テトラベンジルシクロテトラシロキサンなどのオルガノハイドロジェンシロキサン環状化合物が例示される。なお、上記例示した環状化合物の他、直鎖状あるいは分岐状のオルガノシロキサン、エチレン性不飽和基含有オルガノシロキサンおよびオルガノハイドロジェンシロキサンを用いてもよい。この場合、直鎖状あるいは分岐状のオルガノシロキサンとしてはケイ素原子数2~10のポリオルガノシロキサンもしくはポリオルガノハイドロジェンシロキサンを用いることが好ましく、その分子末端は水酸基以外の有機基、たとえばアルコキシ基、トリメチルシリル基、ジメチルビニルシリル基、メチルフェニルビニルシリル基、メチルジフェニルシリル基、3,3,3-トリフルオロプロピルジメチルシリル基などで封鎖されているものが好ましい。

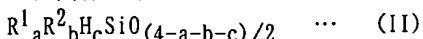
【0025】さらに本発明においては、前記オルガノハイドロジェンシロキサン成分に加え、必要に応じて(4)アルコキシ基を1~4個有する有機シラン化合物、たとえ

ばビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、ビニルトリプロポキシシラン、ビニルトリブトキシシラン、ビニルトリ（メトキシエトキシ）シラン、 γ -メタクリロキシエチルトリメトキシシラン、 γ -メタクリロキシエチルトリエトキシシラン、 γ -アクリロキシエチルトリメトキシシラン、 γ -アクリロキシエチルトリエトキシシラン、 γ -メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、 γ -メタクリロキシプロピルトリエトキシシラン、 γ -アクリロキシプロピルトリメトキシシラン、 γ -アクリロキシプロピルトリエトキシシラン、ジメチルビニルメトキシシラン、ジメチルビニルエトキシシラン、メチルビニルジメトキシシラン、メチルビニルジエトキシシラン、テトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン、テトラプロポキシシラン、テトラブトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、メチルトリプロポキシシラン、メチルトリブトキシシラン、エチルトリメトキシシラン、エチルトリエトキシシラン、エチルトリプロポキシシラン、エチルトリブトキシシラン、プロピルトリメトキシシラン、プロピルエトキシシラン、プロピルトリプロポキシシラン、プロピルトリブトキシシラン、ジメチルジメトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン、ジメチルジプロポキシシラン、ジメチルジブトキシシラン、ジエチルジメトキシシラン、ジエチルジエトキシシラン、ジエチルジプロポキシシラン、ジエチルジブトキシシラン、メチルエチルトリメトキシシラン、メチルプロピルジエトキシシラン、ジフェニルジメトキシシラン、ジフェニルジエトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、 γ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 γ -グリシドキシプロピルメチルジメトキシシランなどや、フルオロアルキルアルコキシシランなどのフッ化アルコキシシランなどを併用してもよい。

【0026】そして上述したシロキサンやシランは、ポリオルガノハイドロジェンシロキサンとして、平均組成式 (I) の場合は、



(式中、 R^0 は炭素数1～8の置換または非置換の1価の有機基)において、 a は1.01～2.01、 b は0.01～1.01、 $a+b=1.80\sim 2.20$ を満たすものになるように配合され、同様に平均組成式 (II) の場合は、



(式中、 R^1 はエチレン性不飽和基を含まない置換または非置換の炭素原子数1～18の1価の炭化水素基、 R^2 はエチレン性不飽和基を含む炭素原子数1～8の1価の炭化水素基)において、 a は1.02～2.01、 b は0.005～0.50、 c は0.005～0.50、 $b/c=1/5\sim 10/1$ 、 $a+b+c=1.80\sim 2.20$ を満たすものになるように配合され、かつ共縮重合された分子構造を呈するように、前記各シリコン成分 (I)～(4) が出発原料として選択される必要がある。

【0027】なお、前記アルコキシシラン化合物は、ポリオルガノハイドロジェンシロキサンの補強に有効な架橋剤として作用することができ、たとえばトリメトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、エチルトリエトキシシラン、(3,3,3-トリフルオロプロピル)トリメトキシシランなどの3官能性架橋剤、テトラエトキシシランなどの4官能性架橋剤の添加配合量は、前記平均組成式で示されるポリオルガノハイドロジェンシロキサン量に対して10重量%以下、好ましくは5重量%以下である。

【0028】本発明に係るシリコン水性エマルジョン組成物のエアバッグの基材に対する接着性（密着ないし固着）を向上させるため、炭素原子と水素原子、ならびに窒素と酸素の少なくとも1種の原子とによって構成される炭素官能性基と、アルコキシ基とを併せ持つ有機ケイ素化合物を添加することもできる。このような有機ケイ素化合物としては、3-アミノプロピルメチルジメトキシシラン、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルトリエトキシシラン、N-トリエチレンジアミンプロピルメチルジメトキシシラン、3-グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、3,4-エポキシシクロヘキシルエチルトリメトキシシランなどを挙げられ、前記平均組成式で示されるポリオルガノハイドロジェンシロキサン量に対して10重量%以下、好ましくは5重量%以下添加配合してもよい。

【0029】上記したように、本発明に係るシリコン水性エマルジョン組成物は、上記ポリオルガノシロキサンおよび必要に応じて上記アルコキシシランとを、水性媒体中、有効量の乳化剤でエマルジョン化するか、または乳化剤混合物の存在下に環状ポリオルガノシロキサン類等を乳化重縮合させることによってシリコン水性エマルジョン組成物を調製し、次いで(D)成分の硬化触媒を添加することによって製造できる。この乳化剤は主にポリオルガノシロキサン成分を乳化させるための界面活性剤の役割を果たすと同時に、環状ポリオルガノシロキサン類との重縮合反応の触媒の働きをするものであり、アニオン系乳化剤、特に有機スルホン酸系乳化剤が好ましい。また、この乳化剤の使用量は、(A)成分100重量部に対して通常1～20重量部、好ましくは1～10重量部程度である。また必要に応じてノニオン系の乳化剤を併用してもよい。この際の水の配合量は(A)成分100重量部に対して、通常50～1000重量部、好ましくは100～500重量部であり、縮合温度は通常5～100℃である。

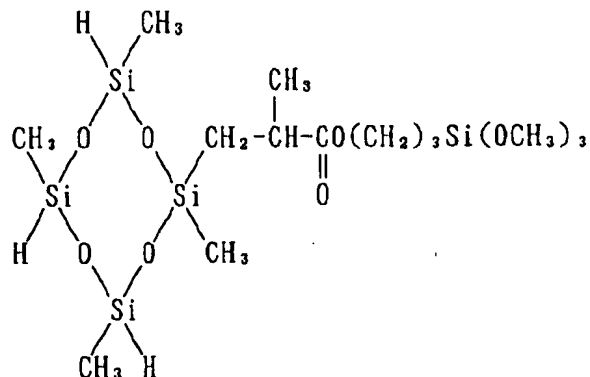
【0030】なお、本発明に係る組成物中のシリコン水性エマルジョン組成物の調製に際し、硬化皮膜の強度を向上させるために、第4成分として架橋剤を添加することもできる。この架橋剤としては、たとえばトリメトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、フェニルト

リメトキシシラン、エチルトリエトキシシラン、(3,3,3-トリフルオロプロピル)トリメトキシシランなどの3官能性架橋剤、テトラエトキシシランなどの4官能性架橋剤を挙げることができる。この架橋剤の添加量は、エマルジョン組成物に対して、通常10重量%以下、好ましくは5重量%以下である。上記により得られる本発明に係るシリコーン水性エマルジョンは酸性になっているので、長期安定性を保つためアルカリで中和する必要がある。このアルカリ性物質としては、たとえば水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、トリエタノールアミンなどが用いられる。上記シリコーン水性エマルジョンに対し、要すれば(D)成分の硬化触媒を添加し、攪拌混合を行うことで、本発明のシリコーン水性エマルジョン組成物の製造が完了する。また、これらの硬化触媒の使用に際して、予め常法により乳化剤と水を使用し、O/W型またはW/O型エマルジョンとしておくことが望ましい。さらに、前記硬化触媒の添加・攪拌混合温度は5～25℃の範囲内が好ましい。なお、本発明に係るシリコーン水性エマルジョンは、製造ないし調製後2ヵ月程度は安定だが、さらに長期間保存する場合には、硬化触媒を別成分として分けて保存し、使用直前に混合することが好ましい。

【0031】本発明に係るシリコーン水性エマルジョン組成物は、上記(A)、(B)、(C)成分および(D)成分の他に、各種の充填剤、顔料、硬化抑制剤、耐熱性付与剤、接着性向上剤、難燃剤などを添加してもよい。充填剤としては、たとえばコロイダルシリカ、ヒュームドシリカ、沈澱シリカ、焼成シリカ、ヒュームド酸化チタン、粉碎石英、ケイ藻土、アスベスト、アルミナケイ酸、酸化鉄、酸化亜鉛、炭酸カルシウム、カーボンブラック、鉄などの金属粉末が例示される。また顔料としては、たとえばチタン白、チタンイエロー、ベンガラなどが挙げられ、硬化抑制剤としては、アセチレン系化合物、ヒドラジン類、トリアゾール類、フォスフィン類、メルカプタン類が例示される。さらに、耐熱性付与剤としては、水酸化セリウム、酸化セリウム、酸化鉄、ヒューム二酸化チタンなどが挙げられ、接着性向上剤としては、アミノ基、メルカプト基、エポキシ基、アルケニル基などの有機基とアルコキシ基を併せ持つ有機ケイ素化合物、及び下記構造式で示される有機ケイ素化合物などを挙げることができる。

【0032】

【化6】



【0033】これらの有機ケイ素化合物は、単独もしくは2種以上混合して用いることができる。難燃剤としては、水酸化アルミニウム、水酸化マグネシウム、炭酸亜鉛などが例示される。

【0034】またコーティングしやすい粘度にするために、増粘剤を使用したり水で希釈したりしても支障ない。さらに、本発明の組成物の基材への処理は、種々のエアバッグ用基布に、ディップコート、スプレーコート、刷毛塗り、ナイフコート、ロールコート等の方法によって塗布し、水を乾燥除去し、室温で10分～数時間放置するか、基材に応じて若干の加熱を行って硬化せしめる。

【0035】

【発明の効果】本発明のエアバッグ用皮膜形成エマルジョン型シリコーン組成物によれば、種々のエアバッグ用基布に処理した場合、従来のシリコーンゴムコーティング組成物に比べ、塗工液の粘度を下げることになり、塗工時の作業性が改善される。しかも、水分が徐々に蒸発することにより、複雑な形状においても、その表面の形状に沿ったゴム被膜が形成され、ゴム面同士が接触した際のブロッキングを起こさない。さらに従来の皮膜形成エマルジョンに比べ機械的強度に優れた硬化皮膜を与える。また、有害な有機溶剤を使用しないので、作業時の安全性に優れ、作業者の健康を害することなく、各種塗工に適した粘度に調整し得ることが可能である。

【0036】

【実施例】以下、実施例および比較例をあげ本発明を詳述する。なお、実施例中の「部」はすべて「重量部」を、「%」はすべて「重量%」を示す。

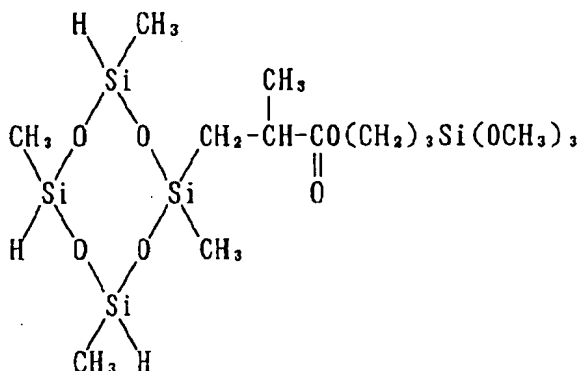
調製例1

ドデシルベンゼンスルホン酸 2.0部と蒸留水 320部との混合液中に、オクタメチルシクロテトラシロキサン100部およびヘプタメチルシクロテトラシロキサン6.0部の混合物を加え、ホモミキサーにより予備攪拌した後、ホモジナイザーにより300 kgf/cm²の圧力で2回通することにより、乳化、分散させた。この乳化、分散液をコンデンサー、窒素導入口および攪拌機を備えたセパラブルフラスコに移し、攪拌混合しながら85℃で5時間加熱し、5℃で48時間冷却した後、10%炭酸ナトリウム水溶

液でpH7に中和し、縮合を終わらせた。また、前記ポリオルガノハイドロジェンシロキサンエマルジョンの一部をアセトン中に投入し、ポリオルガノハイドロジェンシロキサン粉体（粒子）を得た。この粉体のIRおよび ^1H 、 ^{29}Si -NMR分析の結果、全シロキサンユニット中、メチルハイドロジェンシロキサン単位 1.47mol%が含まれており、また GPC測定の結果、数平均分子量 $M_n=3.24 \times 10^5$ であった。次に、前記シリコーン微粒子系のエマルジョン 350部（固形分23.5%）に対し塩化白金酸-オレフィン錯塩のO/W 型エマルジョン（白金含有量3重量%）0.82部、増粘剤 HPC（ヒドロキシプロピルセルロース グレードM；日本曹達（株）製）3.5 部及び下記式で示される有機ケイ素化合物7.5 部

【0037】

【化7】



【0038】を25℃にて添加し、混合攪拌することにより、シリコーン水性エマルジョン組成物を得、調製液1とした。

【0039】調製例2

ドデシルベンゼンスルホン酸 2.0部と蒸留水 320部との混合液中に、オクタメチルシクロテトラシロキサン 100部、ヘプタメチルシクロテトラシロキサン 6.0部および3-アミノプロピルメチルジメトキシシラン5部の混合物を加え、ホモキサーにより予備攪拌した後、ホモジナイザーにより300kgf/cm²の圧力で2回通すことにより、乳化、分散させた。この乳化、分散液をコンデンサー、窒素導入口および攪拌機を備えたセパラブルフラスコに移し、攪拌混合しながら85℃で5時間加熱し、5℃で48時間冷却した後、10%炭酸ナトリウム水溶液でpH7に中和し、縮合を終わらせた。前記で製造したシリコーンエマルジョンの一部をアセトン中に投入し、ポリオルガノハイドロジェンシロキサン粉体（粒子）を得た。この粉体のIRおよび ^1H 、 ^{29}Si -NMR分析の結果、全シロキサンユニット中、メチルハイドロジェンシロキサン単位 1.42mol%、3-アミノプロピルメチルシロキサン単位 1.91mol%がそれぞれ含まれており、また GPC測定の結果、数平均分子量 $M_n=2.89 \times 10^5$ であった。次に、前記シリコーン微粒子系のエマルジョン 350部（固形分23.5%）に対しジブチルスズジラウレート50部の50%水性エマル

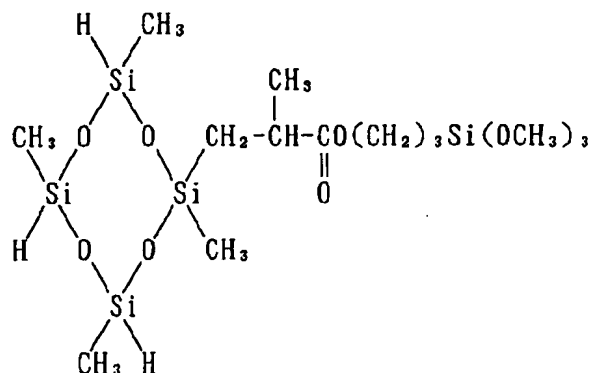
ジョン（ジブチルスズジラウレート50部、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム5部および蒸留水45部にて調製）0.84部、増粘剤 HPC（ヒドロキシプロピルセルロース グレードM；日本曹達（株）製）3.5 部を25℃にて添加し、混合攪拌することにより、シリコーン水性エマルジョン組成物を得、調製液2とした。

【0040】調製例3

ドデシルベンゼンスルホン酸 2.0部と蒸留水 320部との混合液中に、オクタメチルシクロテトラシロキサン100部、ヘプタメチルシクロテトラシロキサン 5.8部および1,3,5,7-テトラビニルテトラメチルシクロテトラシロキサン 0.6部の混合物を加え、ホモキサーにより予備攪拌した後、ホモジナイザーにより300kgf/cm²の圧力で2回通すことにより、乳化、分散させた。この乳化、分散液をコンデンサー、窒素導入口および攪拌機を備えたセパラブルフラスコに移し、攪拌混合しながら85℃で5時間加熱し、5℃で48時間冷却した後、10%炭酸ナトリウム水溶液でpH7に中和し、縮合を終わらせた。また、前記ポリオルガノハイドロジェンシロキサンエマルジョンの一部をアセトン中に投入し、ポリオルガノハイドロジェンシロキサン粉体（粒子）を得た。この粉体のIRおよび ^1H 、 ^{29}Si -NMR分析の結果、全シロキサンユニット中、メチルハイドロジェンシロキサン単位 1.42mol%、メチルビニルシロキサン単位0.48mol%がそれぞれ含まれており、また GPC測定の結果、数平均分子量 $M_n=3.24 \times 10^5$ であった。次に、前記シリコーン微粒子系のエマルジョン 350部（固形分23.5%）に対し塩化白金酸-オレフィン錯塩のO/W 型エマルジョン（白金含有量3重量%）0.82部、増粘剤 HPC（ヒドロキシプロピルセルロース グレードM；日本曹達（株）製）3.5 部及び下記式で示される有機ケイ素化合物7.5 部

【0041】

【化8】



【0042】を25℃にて添加し、混合攪拌することにより、シリコーン水性エマルジョン組成物を得、調製液3とした。

【0043】調製例4

ドデシルベンゼンスルホン酸 2.0部と蒸留水 320部との混合液中に、オクタメチルシクロテトラシロキサン 100

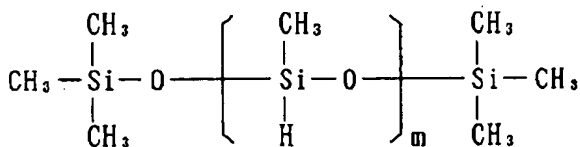
部、ヘプタメチルシクロテトラシロキサン 5.8部、1,3,5,7-テトラビニルテトラメチルシクロテトラシロキサン 0.6部および3-グリシドキシプロピルメチルジメトキシシラン5部の混合物を加え、ホモミキサーにより予備攪拌した後、ホモジナイザーにより300kgf/cm²の圧力で2回通すことにより、乳化、分散させた。この乳化、分散液をコンデンサー、窒素導入口および攪拌機を備えたセパラブルフラスコに移し、攪拌混合しながら85℃で5時間加熱し、5℃で48時間冷却した後、10%炭酸ナトリウム水溶液でpH7に中和し、縮合を終わらせた。前記で製造したシリコンエマルジョンの一部をアセトン中に投入し、ポリオルガノハイドロジェンシロキサン粉体(粒子)を得た。この粉体のIRおよび¹H、²⁹Si-NMR分析の結果、全シロキサンユニット中、メチルハイドロジェンシロキサン単位 1.40mol%、メチルビニルシロキサン単位 0.47mol%、3-グリシドキシプロピルメチルシロキサン単位 1.97mol%はそれぞれ含まれており、またGPC測定の結果、数平均分子量Mn=2.89×10⁵であった。次に、前記シリコン微粒子系のエマルジョン 350部(固形分23.5%)に対し塩化白金酸-オレフィン錯塩の0/W型エマルジョン(白金含有量3重量%) 0.82部、増粘剤 HPC(ヒドロキシプロピルセルロース グレードM; 日本曹達(株)製) 3.5部を25℃にて添加し、混合攪拌することにより、シリコン水性エマルジョン組成物を得、調製液4とした。

【0044】調製例5

ドデシルベンゼンスルホン酸 2.0部と蒸留水 320部との混合液中に、オクタメチルシクロテトラシロキサン 100部を加え、ホモミキサーにより予備攪拌した後、ホモジナイザーにより300kgf/cm²の圧力で2回通すことにより、乳化、分散させた。この乳化、分散液をコンデンサー、窒素導入口および攪拌機を備えたセパラブルフラスコに移し、攪拌混合しながら85℃で5時間加熱し、5℃で48時間冷却した後、10%炭酸ナトリウム水溶液でpH7に中和し、縮合を終わらせ、主剤とした。このものは、GPC測定の結果、数平均分子量Mn=2.93×10⁵であった。一方で、ドデシルベンゼンスルホン酸 2.0部と蒸留水 320部との混合液中に、下記式で示される粘度25cStのポリメチルハイドロジェンシロキサン 100部

【0045】

【化9】



【0046】を加え、ホモミキサーにより予備攪拌した後、ホモジナイザーにより300kgf/cm²の圧力で2回通すことにより、乳化、分散させ、硬化剤とした。次に、前記主剤 100部に前記硬化剤 5部、ジブチルスズジラウレ

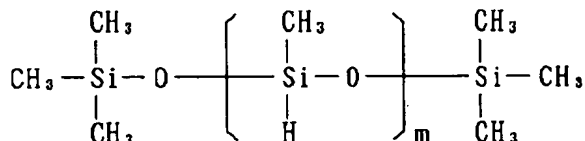
レート50部、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム 5部および蒸留水45部にて調製) 0.1部、3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン3.0部および増粘剤 HPC(ヒドロキシプロピルセルロースグレードM; 日本曹達(株)製) 4部を25℃にて添加し、混合攪拌することにより、シリコン水性エマルジョン組成物を得、調製液5とした。

【0047】調製例6

粘度1万cPのα, ω-ジビニルポリメチルシロキサンベースポリマー100部にヒュームドシリカ15部を均一になるように混合し、次いで塩化白金酸のイソプロパノール溶液を白金量としてベースポリマーに対し20ppmとなる量を均一に分散させ、主剤とした。一方、粘度1万cPのα, ω-ジビニルポリメチルシロキサンベースポリマー100部にヒュームドシリカ15部を均一になるように混合し、次いで下記式で示される粘度25cStのポリメチルハイドロジェンシロキサン5.0部

【0048】

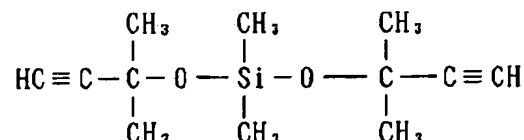
【化10】



【0049】及び下記式で示されるアセチレン性不飽和基を有するケイ素化合物0.2部

【0050】

【化11】

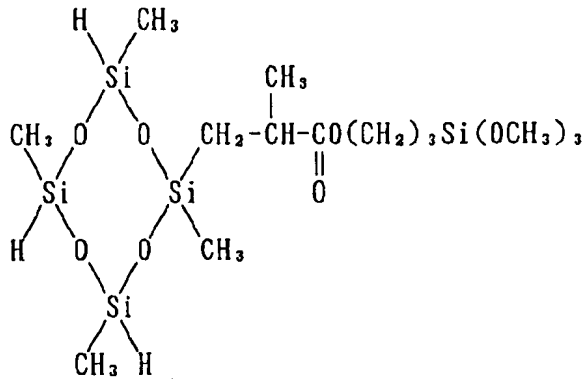


【0051】を均一に分散させ、硬化剤とした。

【0052】前記主剤、硬化剤を50部づつ及び下記式で示される有機ケイ素化合物3部

【0053】

【化12】



【0054】を混合攪拌してゴム成分6を得た。

・コーティング膜表面状態の評価基準

膜厚 ◎；均一 ○；ほぼ均一

・表面動摩擦係数測定条件

荷重 150 g、速度 100mm/min、温度25℃、湿度60% RH

・塗れ性

6, 6 - ナイロン布へコーティングした時の、布へのゴムコーティング組成物の塗り易さ、広がり易さを観察し、次の4段階で評価した。

◎；広がり易く、スムーズに塗れる

○；塗り易い

△；やや塗りにくい

×；塗りにくい

・浸透性

塗れ性の評価と同様に、コーティング組成物を、6, 6 - ナイロン布へコーティングした時の布へのコーティング組成物のしみ込み易さを観察し、次の4段階で評価した。

◎；良くしみ込み、布の表面から中まで全体が均一になる

【0055】実施例1～4及び比較例1～4

調製液1～6で得られた調製液1～5及びゴム成分6に、表1に示す各種希釈剤を表1に示す量添加し、コーティング組成物を得た。このコーティング組成物を6, 6 - ナイロン布(420D)へゴム量が60～80 g/m²になる様にコーティングした。次にオープンにて以下の様に処理し、シリコンゴム硬化被膜を形成させた布を得た。

90℃×5min → 170℃×2min

得られた被膜形成布のゴムコーティング膜表面状態を目視観察し、下記基準により評価し、また表面の動摩擦係数(ゴム同士、ゴム-SUS)を下記の条件で測定した。

△；少々ムラ有り ×；不均一

○；多少しみ込みにくいが、布の表面から中までは均一になる

△；布の表面部に多く残り、中まで十分にしみ込まない
×；布の表面部のみで中にはしみこまない

・接着性及び機械的強度

6, 6 - ナイロン布へコーティングされたゴム膜のナイロン布への接着性及び機械的強度(コーティングされたナイロン布を指で強くしごき、接着の悪いもの、もしくは機械的強度に劣るものは、コーティング面のゴム膜から剥離、脱落がおきる)を観察し、次の3段階で評価した。

◎；コーティング面からゴム膜の脱落等がなく、優れた接着性、機械的強度を示す

△；コーティング面からゴム膜がわずかに脱落、剥離が生じる

×；コーティング面からゴム膜が脱落する

【0056】

【表1】

		調製液	希釈剤	表面状態	表面動摩擦係数		塗れ性	浸透性	接着性及び機械的強度
					ゴム-ゴム	ゴム-SUS			
実施例	1	①	—	◎	0.98	0.67	◎	◎	◎
	2	②	—	◎	0.95	0.66	◎	◎	◎
	3	③	—	◎	1.03	0.69	◎	◎	◎
	4	④	—	◎	1.01	0.69	◎	◎	◎
比較例	1	⑤	—	◎	1.00	0.68	◎	◎	△
	2	⑥	—	×	2.00	1.67	×	×	◎
	3	⑦	トルエン	×	※1	※1	○	◎	◎
	4	⑧	キシレン	×	※1	※1	○	◎	◎

※1 膜が不均一で測定値のバラツキが大きく、正確に数値が測定できない。

尚、比較例3、4は、固形分が23%となるように希釈剤を添加した。